

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
8. April 2004 (08.04.2004)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2004/028797 A1(51) Internationale Patentklassifikation⁷: B32B 15/08,
G02F 1/1335, C09J 7/02(74) Gemeinsamer Vertreter: TESA AG; Quickbornstrasse
24, 20253 Hamburg (DE).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2003/009195

(81) Bestimmungsstaaten (*national*): AE, AG, AL, AM, AT,
AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR,
CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE,
GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR,
KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK,
MN, MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT,
RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR,
TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.(22) Internationales Anmeldedatum:
20. August 2003 (20.08.2003)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
102 43 215.5 17. September 2002 (17.09.2002) DE(84) Bestimmungsstaaten (*regional*): ARIPO-Patent (GH,
GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW),
eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ,
TM), europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE,
DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL,
PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG,
CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).(71) Anmelder (*für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US*): TESA AG [DE/DE]; Quickbornstrasse 24, 20253 Hamburg (DE).

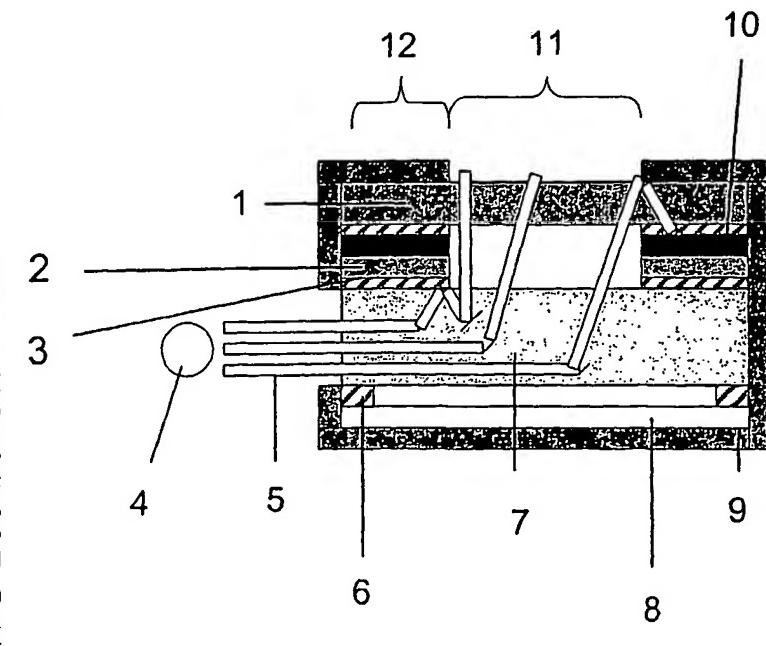
Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(54) Title: PRESSURE-SENSITIVE ADHESIVE TAPE FOR LCD'S

(54) Bezeichnung: HAFTKLEBEBAND FÜR LCDs



(57) Abstract: The invention relates to a pressure-sensitive adhesive tape, particularly for producing LCD displays, comprising two surfaces while also being provided with at least one support having two supporting surfaces and a pressure-sensitive layer on each of the two supporting surfaces. The invention is characterized in that at least one of the two surfaces of the pressure-sensitive adhesive tape has silvery reflective properties.

(57) Zusammenfassung: Haftklebeband, insbesondere zur Herstellung von LCD-Displays, mit zwei Oberflächen, weiterhin ausgerüstet mit mindestens einem Träger mit zwei Trägeroberflächen und jeweils einer Haftklebeschicht auf den beiden Trägeroberflächen, dadurch gekennzeichnet, dass zumindest eine der beiden Oberflächen des Haftklebebandes silbrig-reflektierende Eigenschaften aufweist.

tesa Aktiengesellschaft
Hamburg

5

Beschreibung

Haftklebeband für LCDs

- 10 Die Erfindung betrifft ein doppelseitiges Haftklebeband, insbesondere zur Herstellung von LCD-Displays, mit zwei Oberflächen, weiterhin ausgerüstet mit mindestens einem Träger mit zwei Trägeroberflächen und jeweils einer Haftklebeschicht auf den beiden Trägeroberflächen.
- 15 Haftklebebänder sind im Zeitalter der Industrialisierung weitverbreitete Verarbeitungshilfsmittel. Insbesondere für den Einsatz in der Computerindustrie werden an Haftklebebänder sehr hohe Anforderungen gestellt. Neben einem geringen Ausgasungsverhalten sollten die Haftklebebänder in einem weiten Temperaturbereich einsetzbar sein und bestimmte optische Eigenschaften erfüllen.
- 20 Zur Herstellung von LC-Displays werden LED's als Lichtquelle mit dem LCD Glas verklebt. Hierfür werden in der Regel schwarze doppelseitige Haftklebebänder eingesetzt. Nachteil dieses Verfahrens ist, dass durch die Schwarzfärbung keine Lichtreflektion mehr zur Lichtquelle stattfindet, so dass die LED-Lichtquelle bedeutend mehr Licht erzeugen muss und somit auch mehr Energie benötigt. In einer nächsten
- 25 Entwicklung wurde ein doppelseitiges Klebeband eingesetzt, dass auf der einen Seite weiß und auf der anderen Seite schwarz gefärbt war. Durch diese Maßnahme stieg die Lichteffizienz deutlich an. Die Weissfärbung besitzt aber auch den Nachteil, dass die Streuung des Lichtes nicht gezielt verläuft sondern eine Menge Streulicht entsteht, welches nicht verwertet werden kann.
- 30 Für die Verbesserung der Lichteffizienz besteht somit weiterhin der Bedarf für ein doppelseitiges Haftklebeband, welches den oben genannten Mangel nicht oder nur in verminderter Weise aufweist.

Aufgabe der Erfindung ist es daher ein doppelseitiges Haftklebeband zur Verfügung zu stellen, welches eine verbesserte Reflexion von Licht aufweist und weniger Streueffekte verursacht.

5

Der Anspruch 1 betrifft somit ein Haftklebeband, insbesondere zur Herstellung von LCD-Displays, mit zwei Oberflächen, weiterhin ausgerüstet mit mindestens einem Träger mit zwei Trägeroberflächen und jeweils einer Haftklebeschicht auf den beiden Trägeroberflächen, wobei zumindest eine der beiden Oberflächen des Haftklebebandes 10 silbrig-reflektierende Eigenschaften aufweist.

Bei einer vorteilhaften Ausführungsform des erfindungsgemäßigen Haftklebebandes wird die silbrig-reflektierende Eigenschaft der zumindest einen Oberfläche des Klebebandes durch Metallisierung der entsprechenden Trägeroberfläche erzielt.

15

Bei einer weiteren vorteilhaften Ausführungsform des erfindungsgemäßigen Haftklebebandes wird die silbrig-reflektierende Eigenschaft der zumindest einen Oberfläche des Klebebandes durch Lackierung der entsprechenden Trägeroberflächen erzielt.

20

Es hat sich im Sinne der Erfindung bewährt, wenn die silbrig-reflektierende Eigenschaft der zumindest einen Oberfläche des Klebebandes durch Zusatz silberfarbiger Additive zu der auf der entsprechenden Trägeroberfläche befindlichen Haftklebeschicht erzielt wird.

25

Weiterhin ist es vorteilhaft, wenn als Basis für zumindest eine der Haftklebeschichten hitze-aktivierbare Haftklebemassen eingesetzt werden.

30

Bei einer weiteren vorteilhaften Ausführungsform des erfindungsgemäßigen Haftklebebandes werden als Basis für zumindest eine der Haftklebeschichten transparente Haftklebemassen eingesetzt.

Im folgenden werden vorteilhafte Produktaufbauten für das erfindungsgemäßige Haftklebeband beispielhaft vorgestellt:

35

Figur 1 zeigt eine Variante des erfinderischen Haftklebebandes, welche aus einer Trägerfolienschicht (a), einer silberreflektierenden Schicht (b), und zwei Haftklebeschichten (c) und (d) besteht.

5 Die Trägerfolienschicht (a) ist bevorzugt zwischen 5 und 250 µm dick und schwarz eingefärbt. Die Schicht (b) ist silber farbend und Licht-reflektierend. Neben einer silberfarbenen Lackierung kann die Folie (a) auch mit Aluminium bedampft sein. Die Haftklebemasseschichten (c) und (d) besitzen bevorzugt eine Dicke von jeweils 5 µm bis 250 µm.

10 In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung besitzt das erfinderische Haftklebeband den in Figur 2 aufgezeigten Produktaufbau.

15 Dabei ist die Trägerfolienschicht (a) bevorzugt zwischen 5 und 250 µm dick und schwarz eingefärbt. Die Schicht (b) ist silberfarbend, haftklebrig und Licht-reflektierend. Diese Wirkung wird z.B. durch die Compoundierung von Haftklebemassen mit geeigneten silberfarbigen Füllstoffen erreicht. Die Haftklebemasseschichten (c) besitzt bevorzugt eine Dicke von 5 µm bis 250 µm.

20 Als Folienträger für alle Ausführungsformen können prinzipiell alle filmischen Polymerträger eingesetzt werden. Beispielsweise lassen sich PE-, PP-, orientierte PP-, Polyimid-, Polyester-, Polyamid-, PVC- und PET-Folien einsetzen. In einer sehr bevorzugten Variante werden PET-Folien eingesetzt. Zur Schwarzfärbung der Folien werden diese in einer sehr bevorzugten Variante mit schwarzen Pigmenten gefüllt.

25 Als besonders geeignet haben sich Graphite, Ruße oder ähnliche Kohlenstoffverbindungen herausgestellt. Durch den Füllanteil lässt sich die Transparenz (Lichtdurchlässigkeit) und der Grad der Schwarzfärbung der Folie einstellen. In einer alternativen Methode wird die Folie mit einer schwarzen Deckschicht ausgestattet. Hier lassen sich schwarze Decklacke einsetzen oder die Bedampfung mit verschiedenen

30 Schwarzfärbenden Materialien durchführen. Zur Verbesserung der Verankerung der Haftklebemasse lassen sich die Folien vorbehandeln. Die Folien können somit geätzt sein (Trichoressigäure), mit Corona oder Plasma vorbehandelt sein oder mit einem Primer (z.B. Saran-Primer) ausgestattet sein.

Für den Fall der erfinderischen Ausführungsform nach Figur 1 wird die schwarze Folie mit einer silber-reflektierenden Schicht ausgestattet. Dies kann z.B. durch die Beschichtung mit einer silberfarbenden Schicht (Lack) geschehen. In einer bevorzugten Ausführungsform wird die schwarze Schicht mit Aluminium bedampft.

5

Als Haftklebemassensysteme für das erfinderische doppelseitige Haftklebeband werden Acrylat-, Naturkautschuk-, Synthesekautschuk-, Silikon- und/oder EVA-Kleber eingesetzt, insbesondere von Vorteil die Haftklebemassen, die eine hohe Transparenz aufweisen. Weiterhin lassen sich alle weiteren, dem Fachmann bekannten Haftklebemassen verarbeiten, wie sie z.B im „Handbook of Pressure Sensitive Adhesive Technology“ von 10 Donatas Satas (van Nostrand, New York 1989) aufgeführt sind.

Für Naturkautschukklebemassen wird der Naturkautschuk bis zu einem Molekulargewicht (Gewichtsmittel) nicht unter etwa 100.000 Dalton, bevorzugt nicht unter 500.000 Dalton 15 gemahlen und additiviert.

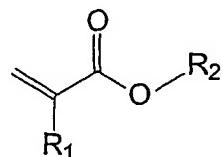
Bei Kautschuk/Synthesekautschuk als Ausgangsmaterial für den Kleber sind weite Variationsmöglichkeiten gegeben, sei er aus der Gruppe der Naturkautschuke oder der Synthesekautschuke oder sei er aus einem beliebigen Blend aus Naturkautschuken und/oder Synthesekautschuken, wobei der Naturkautschuk oder die Naturkautschuke grundsätzlich aus allen erhältlichen Qualitäten wie zum Beispiel Crepe-, RSS-, ADS-, TSR- oder 20 CV-Typen, je nach benötigtem Reinheits- und Viskositätsniveau, und der Synthesekautschuk oder die Synthesekautschuke aus der Gruppe der statistisch copolymerisierten Styrol-Butadien-Kautschuke (SBR), der Butadien-Kautschuke (BR), der synthetischen Polyisoprene (IR), der Butyl-Kautschuke (IIR), der halogenierten Butyl-Kautschuke (XIIIR), 25 der Acrylatkautschuke (ACM), der Etylen-Vinylacetat-Copolymeren (EVA) und der Polyurethane und/oder deren Blends gewählt werden können.

Weiterhin vorzugsweise können Kautschuke zur Verbesserung der Verarbeitbarkeit thermoplastische Elastomere mit einem Gewichtsanteil von 10 bis 50 Gew.-% zugesetzt werden, und zwar bezogen auf den Gesamtelastomeranteil. Stellvertretend genannt 30 seien an dieser Stelle vor allem die besonders verträglichen Styrol-Isopren-Styrol- (SIS) und Styrol-Butadien-Styrol (SBS) -Typen.

In einer erfinderisch bevorzugten Ausführungsform werden bevorzugt (Meth)Acrylathaftklebemassen eingesetzt.

35

(Meth)Acrylathaftklebemassen, welche durch radikalische Polymerisation erhältlich sind, bestehen zu mindestens 50 Gew.-% auf zumindest einem acrylischen Monomer aus der Gruppe der Verbindungen der folgenden allgemeinen Formel basiert:



5

wobei $\text{R}_1 = \text{H}$ oder CH_3 ist und der Rest $\text{R}_2 = \text{H}$ oder CH_3 ist oder gewählt wird aus der Gruppe der verzweigten oder unverzweigten, gesättigten Alkylgruppen mit 1 - 30 Kohlenstoffatomen.

10 Die Monomere werden bevorzugt dermaßen gewählt, dass die resultierenden Polymere bei Raumtemperatur oder höheren Temperaturen als Haftklebemassen eingesetzt werden können, insbesondere derart, dass die resultierenden Polymere haftklebende Eigenschaften entsprechend des „Handbook of Pressure Sensitive Adhesive Technology“ von Donatas Satas (van Nostrand, New York 1989) besitzen.

15 In einer weiteren erfinderischen Ausführungsform wird die Comonomerzusammensetzung derart gewählt, dass sich die Haftklebemassen als Hitzeaktivierbare Haftklebemassen einsetzen lassen.

20 Die Polymere lassen sich bevorzugt durch Polymerisation einer Monomermischung gewinnen, welche sich aus Acrylsäureestern und/oder Methacrylsäureestern und/oder deren freien Säuren mit der Formel $\text{CH}_2 = \text{CH}(\text{R}_1)(\text{COOR}_2)$ zusammensetzt, wobei $\text{R}_1 = \text{H}$ oder CH_3 und R_2 eine Alkylkette mit 1 - 20 C-Atomen oder H ist.

25 Die Molmassen M_w der eingesetzten Polyacrylate betragen bevorzugt $M_w \geq 200.000$ g/mol.

In einer sehr bevorzugten Weise werden Acryl- oder Methacrylmonomere eingesetzt, die aus Acryl- und Methacrylsäureester mit Alkylgruppen aus 4 bis 14 C-Atomen bestehen, 30 bevorzugt 4 bis 9 C-Atomen umfassen. Spezifische Beispiele, ohne sich durch diese Aufzählung einschränken zu wollen, sind Methylacrylat, Methylmethacrylat, Ethylacrylat, n-

Butylacrylat, n-Butylmethacrylat, n-Pentylacrylat, n-Hexylacrylat, n-Heptylacrylat, n-Octylacrylat, n-Octylmethacrylat, n-Nonylacrylat, Laurylacrylat, Stearylacrylat, Behenylacrylat, und deren verzweigten Isomere, wie z.B. Isobutylacrylat, 2-Ethylhexylacrylat, 2-Ethylhexylmethacrylat, Isooctylacrylat, Isooctylmethacrylat.

- 5 Weitere einzusetzende Verbindungsklassen sind monofunktionelle Acrylate bzw. Methacrylate von überbrückten Cycloalkylalkoholen, bestehend aus zumindestens 6 C-Atomen. Die Cycloalkylalkohole können auch substituiert sein, z.B. durch C-1-6-Alkylgruppen, Halogenatomen oder Cyanogruppen. Spezifische Beispiele sind Cyclohexylmethacrylate, Isobornylacrylat, Isobornylmethacrylate und 3,5-Dimethyladamantylacrylat.
- 10 Dimethyladamantylacrylat.

In einer Vorgehensweise werden Monomere eingesetzt, die polare Gruppen wie Carboxylreste, Sulfon- und Phosphonsäure, Hydroxyreste, Lactam und Lacton, N-substituiertes Amid, N-substituiertes Amin, Carbamat-, Epoxy-, Thiol-, Alkoxy-

- 15 Cyanreste, Ether oder ähnliches tragen.

Moderate basische Monomere sind z.B. N,N-Dialkylsubstituierte Amide, wie z.B. N,N-Dimethylacrylamid, N,N-Dimethylmethacrylamid, N-tert.-Butylacrylamid, N-

Vinylpyrrolidon, N-Vinyllactam, Dimethylaminoethylmethacrylat, Dimethylaminoethylacrylat, Diethylaminoethylmethacrylat, Diethylaminoethylacrylat, N-

- 20 Methylolmethacrylamid, N-(Butoxymethyl)methacrylamid, N-Methylolacrylamid, N-(Ethoxymethyl)acrylamid, N-Isopropylacrylamid, wobei diese Aufzählung nicht abschließend ist.

Weitere bevorzugte Beispiele sind Hydroxyethylacrylat, Hydroxypropylacrylat, Hydroxyethylmethacrylat, Hydroxypropylmethacrylat, Allylalkohol, Maleinsäureanhydrid,

- 25 Itaconsäureanhydrid, Itaconsäure, Glyceridylmethacrylat, Phenoxyethylacrylat, Phenoxyethylmethacrylat, 2-Butoxyethylmethacrylat, 2-Butoxyethylacrylat, Cyanoethylmethacrylat, Cyanoethylacrylat, Glycerylmethacrylat, 6-Hydroxyhexylmethacrylat, Vinylsiggäure, Tetrahydrofurfurylacrylat, β-Acryloyloxypropionsäure, Trichloracrylsäure, Fumarsäure, Crotonsäure, Aconitsäure, 30 Dimethylacrylsäure, wobei diese Aufzählung nicht abschließend ist.

In einer weiteren sehr bevorzugten Vorgehensweise werden als Monomere Vinylester, Vinylether, Vinylhalogenide, Vinylidenhalogenide, Vinylverbindungen mit aromatischen Cyclen und Heterocyclen in α-Stellung eingesetzt. Auch hier seien nicht ausschließlich

einige Beispiele genannt: Vinylacetat, Vinylformamid, Vinylpyridin, Ethylvinylether, Vinylchlorid, Vinylidenchlorid und Acrylonitril.

- Weiterhin werden in einer weiteren Vorgehensweise Photoinitiatoren mit einer copolymerisierbaren Doppelbindung eingesetzt. Als Photoinitiatoren sind Norrish-I- und -II-Photoinitiatoren geeignet. Beispiele sind z.B. Benzoinacrylat und ein acryliertes Benzophenon der Fa. UCB (Ebecryl P 36[®]). Im Prinzip können alle dem Fachmann bekannten Photoinitiatoren copolymerisiert werden, die das Polymer über einen Radikalmechanismus unter UV-Bestrahlung vernetzen können. Ein Überblick über mögliche einsetzbare Photoinitiatoren die mit einer Doppelbindung funktionalisiert werden können, wird in Fouassier: „Photoinitiation, Photopolymerization and Photocuring: Fundamentals and Applications“, Hanser-Verlag, München 1995, gegeben. Ergänzend wird Carroy et al. in „Chemistry and Technology of UV and EB Formulation for Coatings, Inks and Paints“, Oldring (Hrsg.), 1994, SITA, London eingesetzt.
- In einer weiteren bevorzugten Vorgehensweise werden zu den beschriebenen Comonomeren Monomere hinzugesetzt, die eine hohe statische Glasübergangstemperatur besitzen. Als Komponenten eignen sich aromatische Vinylverbindungen, wie z.B. Styrol, wobei bevorzugt die aromatischen Kerne aus C₄- bis C₁₈-Bausteinen bestehen und auch Heteroatome enthalten können. Besonders bevorzugte Beispiele sind 4-Vinylpyridin, N-Vinylphthalimid, Methylstyrol, 3,4-Dimethoxystyrol, 4-Vinylbenzoësäure, Benzylacrylat, Benzylmethacrylat, Phenylacrylat, Phenylmethacrylat, t-Butylphenylacrylat, t-Butylphenylmethacrylat, 4-Biphenylacrylat und -methacrylat, 2-Naphthylacrylat und -methacrylat sowie Mischungen aus denjenigen Monomeren, wobei diese Aufzählung nicht abschließend ist.
- Durch die Erhöhung des aromatischen Anteils steigt der Brechungsindex der Haftklebemasse an und die Streuung zwischen LCD-Glas und Haftklebemasse durch z.B. Fremdlicht wird minimiert.

Zur Weiterentwicklung können den Haftklebemassen Harze beigemischt sein. Als zuzusetzende klebrigmachende Harze sind ausnahmslos alle vorbekannten und in der Literatur beschriebenen Kleharze einsetzbar. Genannt seien stellvertretend die Pinen-, Inden- und Kolophoniumharze, deren disproportionierte, hydrierte, polymerisierte, veresterte Derivate und Salze, die aliphatischen und aromatischen

- Kohlenwasserstoffharze, Terpenharze und Terpenphenolharze sowie C5-, C9- sowie andere Kohlenwasserstoffharze. Beliebige Kombinationen dieser und weiterer Harze können eingesetzt werden, um die Eigenschaften der resultierenden Klebmasse wunschgemäß einzustellen. Im allgemeinen lassen sich alle mit dem entsprechenden
- 5 Polyacrylat kompatiblen (löslichen) Harze einsetzen, insbesondere sei verwiesen auf alle aliphatischen, aromatischen, alkylaromatischen Kohlenwasserstoffharze, Kohlenwasserstoffharze auf Basis reiner Monomere, hydrierte Kohlenwasserstoffharze, funktionelle Kohlenwasserstoffharze sowie Naturharze. Auf die Darstellung des Wissensstandes im „Handbook of Pressure Sensitive Adhesive Technology“ von Donatas
- 10 Satas (van Nostrand, 1989) sei ausdrücklich hingewiesen.
- Auch hier werden zur Verbesserung der Transparenz bevorzugt transparente und sehr gut mit dem Polymer verträgliche Harze eingesetzt. Hydrierte oder teilhydrierte Harze weisen häufig diese Eigenschaften auf.
- 15 Weiterhin können optional Weichmacher (Plastifizierungsmittel), weitere Füllstoffe (wie z. B. Fasern, Ruß, Zinkoxid, Kreide, Voll- oder Hohlgaskugeln, Mikrokugeln aus anderen Materialien, Kieselsäure, Silikate), Keimbildner, elektrisch leitfähige Materialien, wie z.B. konjugierte Polymere, dotierte konjugierte Polymere, Metallpigmente, Metallpartikel, Metallsalze, Graphit, etc., Blähmittel, Compoundierungsmittel und/oder Alterungs-
- 20 schutzmittel, z.B. in Form von primären und sekundären Antioxidantien oder in Form von Lichtschutzmitteln zugesetzt sein. Für den Fall der erfinderischen Ausführungsform der Figur 2 wird die Haftklebemasse (b) bevorzugt mit silberfarbenen und reflektierenden Partikeln ausgestattet. Durch den Mengenanteil lässt sich die Färbung und der Reflektionsgrad steuern.
- 25 Zusätzlich können Vernetzer und Promotoren zur Vernetzung beigemischt werden. Geeignete Vernetzer für die Elektronenstrahlvernetzung und UV-Vernetzung sind beispielsweise bi- oder multifunktionelle Acrylate, bi- oder multifunktionelle Isocyanate (auch in blockierter Form) oder bi- oder multifunktionelle Epoxide.
- 30 Zu einer optionalen Vernetzung mit UV-Licht können den Haftklebemassen UV-absorbierende Photoinitiatoren zugesetzt werden. Nützliche Photoinitiatoren, welche sehr gut zu verwenden sind, sind Benzoinether, wie z. B. Benzoinmethylether und Benzoinisopropylether, substituierte Acetophenone, wie z. B. 2,2-Diethoxyacetophenon
- 35 (erhältlich als Irgacure 651® von Fa. Ciba Geigy®), 2,2-Dimethoxy-2-phenyl-1-

phenylethanon, Dimethoxyhydroxyacetophenon, substituierte α -Ketole, wie z. B. 2-Methoxy-2-hydroxypropiophenon, aromatische Sulfonylchloride, wie z. B. 2-Naphthylsulfonylchlorid, und photoaktive Oxime, wie z. B. 1-Phenyl-1,2-propandion-2-(O-ethoxycarbonyl)oxim.

5

Die oben erwähnten und weitere einsetzbare Photoinitiatoren und andere vom Typ Norrish I oder Norrish II können folgenden Reste enthalten: Benzophenon-, Acetophenon-, Benzil-, Benzoin-, Hydroxyalkylphenon-, Phenylcyclohexylketon-, Anthrachinon-, Trimethylbenzoylphosphinoxid-, Methylthiophenylmorpholinketon-, 10 Aminoketon-, Azobenzoin-, Thioxanthon-, Hexarylbisimidazol-, Triazin-, oder Fluoren-, wobei jeder dieser Reste zusätzlich mit einem oder mehreren Halogenatomen und/oder einer oder mehreren Alkyloxygruppen und/oder einer oder mehreren Aminogruppen oder Hydroxygruppen substituiert sein kann. Ein repräsentativer Überblick wird von Fouassier: „Photoinitiation, Photopolymerization and Photocuring: Fundamentals and Applications“, 15 Hanser-Verlag, München 1995, gegeben. Ergänzend kann Carroy et al. in „Chemistry and Technology of UV and EB Formulation for Coatings, Inks and Paints“, Oldring (Hrsg.), 1994, SITA, London herangezogen werden.

Herstellverfahren für die Acrylathaftklebemassen

20

Zur Polymerisation werden die Monomere dermaßen gewählt, dass die resultierenden Polymere bei Raumtemperatur oder höheren Temperaturen als Haftklebemassen eingesetzt werden können, insbesondere derart, dass die resultierenden Polymere haftklebende Eigenschaften entsprechend des „Handbook of Pressure Sensitive Adhesive Technology“ von Donatas Satas (van Nostrand, New York 1989) besitzen.

Zur Erzielung einer für Haftklebemassen bevorzugten Glasübergangstemperatur T_G der Polymere von $T_G \leq 25$ °C werden entsprechend dem vorstehend gesagten die Monomere sehr bevorzugt derart ausgesucht und die mengenmäßige Zusammensetzung der Monomer-mischung vorteilhaft derart gewählt, dass sich nach der *Fox*-Gleichung (G1) 30 (vgl. T.G. Fox, Bull. Am. Phys. Soc. 1 (1956) 123) der gewünschte T_G -Wert für das Polymer ergibt.

$$\frac{1}{T_G} = \sum_n \frac{w_n}{T_{G,n}} \quad (G1)$$

Hierin repräsentiert n die Laufzahl über die eingesetzten Monomere, w_n den Massenanteil des jeweiligen Monomers n (Gew.-%) und $T_{G,n}$ die jeweilige Glasübergangstemperatur des Homopolymers aus den jeweiligen Monomeren n in K.

- 5 Zur Herstellung der Poly(meth)acrylathaftklebemassen werden vorteilhaft konventionelle radikalische Polymerisationen durchgeführt. Für die radikalisch verlaufenden Polymerisationen werden bevorzugt Initiatorsysteme eingesetzt, die zusätzlich weitere radikalische Initiatoren zur Polymerisation enthalten, insbesondere thermisch zerfallende radikalbildende Azo- oder Peroxo-Initiatoren. Prinzipiell eignen sich jedoch alle für
- 10 Acrylate dem Fachmann geläufigen, üblichen Initiatoren. Die Produktion von C-zentrierten Radikalen ist im Houben Weyl, Methoden der Organischen Chemie, Vol. E 19a, S. 60 - 147 beschrieben. Diese Methoden werden in bevorzugter Weise in Analogie angewendet.
- 15 Beispiele für Radikalquellen sind Peroxide, Hydroperoxide und Azoverbindungen, als einige nicht ausschließliche Beispiele für typische Radikalinitiatoren seien hier genannt Kaliumperoxodisulfat, Dibenzoylperoxid, Cumolhydroperoxid, Cyclohexanonperoxid, Di-t-butylperoxid, Azodiisosäurebutyronitril, Cyclohexylsulfonylacetylperoxid, Diisopropylpercarbonat, t-Butylperoktoat, Benzpinacol. In einer sehr bevorzugten Ausführungsform wird als radikalischer Initiator 1,1'-Azo-bis-(cyclohexancarbonsäurenitril) (Vazo 88TM der 20 Fa. DuPont) oder Azidisobutyronitril (AIBN) verwendet.

- Die mittleren Molekulargewichte M_w der bei der radikalischen Polymerisation entstehenden Haftklebemassen werden sehr bevorzugt derart gewählt, dass sie in einem Bereich von 200.000 bis 4.000.000 g/mol liegen; speziell für die weitere Verwendung als elektrisch-leitfähiger Schmelzhaftkleber mit Rückstellvermögen werden Haftklebemassen mit mittleren Molekulargewichten M_w von 400.000 bis 1.400.000 g/mol hergestellt. Die Bestimmung des mittleren Molekulargewichtes erfolgt über Größenausschlußchromatographie (GPC) oder Matrix-unterstützte Laser-Desorption/Ionisations-Massenspektrometrie (MALDI-MS).
- 30 Die Polymerisation kann in Substanz, in Gegenwart eines oder mehrerer organischer Lösungsmittel, in Gegenwart von Wasser oder in Gemischen aus organischen Lösungsmitteln und Wasser durchgeführt werden. Es wird dabei angestrebt, die verwendete Lösungsmittelmenge so gering wie möglich zu halten. Geeignete organische Lösungsmittel sind reine Alkane (z.B. Hexan, Heptan, Octan, Isooctan), aromatische
 - 35

- Kohlenwasserstoffe (z.B. Benzol, Toluol, Xylo), Ester (z.B. Essigsäureethylester, Essigsäurepropyl-, -butyl- oder -hexylester), halogenierte Kohlenwasserstoffe (z.B. Chlorbenzol), Alkanole (z.B. Methanol, Ethanol, Ethylenglycol, Ethylenglycolmonomethylether) und Ether (z.B. Diethylether, Dibutylether) oder
- 5 Gemische davon. Die wäßrigen Polymerisationsreaktionen können mit einem mit Wasser mischbaren oder hydrophilen Lösungsmittel versetzt werden, um zu gewährleisten, dass das Reaktionsgemisch während des Monomerumsatzes in Form einer homogenen Phase vorliegt. Vorteilhaft verwendbare Lösungsmittel für die vorliegende Erfindung werden gewählt aus der folgenden Gruppe, bestehend aus aliphatischen Alkoholen,
- 10 Glyolen, Ethern, Glycolethern, Pyrrolidinen, N-Alkylpyrrolidinonen, N-Alkylpyrrolidonen, Polyethylenglyolen, Polypropylenglyolen, Amiden, Carbonsäuren und Salzen davon, Estern, Organosulfiden, Sulfoxiden, Sulfonen, Alkoholderivaten, Hydroxyetherderivaten, Aminoalkoholen, Ketonen und dergleichen, sowie Derivaten und Gemischen davon.
- 15 Die Polymerisationszeit beträgt – je nach Umsatz und Temperatur – zwischen 2 und 72 Stunden. Je höher die Reaktionstemperatur gewählt werden kann, das heißt, je höher die thermische Stabilität des Reaktionsgemisches ist, desto geringer kann die Reaktionsdauer gewählt werden.
- 20 Zur Initiierung der Polymerisation ist für die thermisch zerfallenden Initiatoren der Eintrag von Wärme essentiell. Die Polymerisation kann für die thermisch zerfallenden Initiatoren durch Erwärmen auf 50 bis 160 °C, je nach Initiatortyp, initiiert werden.
- Für die Herstellung kann es auch von Vorteil sein, die (Meth)acrylathafklebemassen in
- 25 Substanz zu polymerisieren. Hier eignet sich insbesondere die Präpolymerisationstechnik einzusetzen. Die Polymerisation wird mit UV-Licht initiiert, aber nur zu einem geringen Umsatz ca. 10 - 30 % geführt. Anschließend kann dieser Polymersirup z.B. in Folien eingeschweisst werden (im einfachsten Fall Eiswürfel) und dann in Wasser zu hohem Umsatz durchpolymerisiert werden. Diese Pellets lassen sich dann als
- 30 Acrylatschmelzkleber einsetzen, wobei für den Aufschmelzvorgang besonders bevorzugt Folienmaterialien eingesetzt werden, die mit dem Polyacrylat kompatibel sind. Auch für diese Präparationsmethode lassen sich die thermisch-leitfähigen Materialzusätze vor oder nach der Polymerisation zusetzen.

Ein anderes vorteilhaftes Herstellungsverfahren für die Poly(meth)acrylathaftklebemassen ist die anionische Polymerisation. Hier werden als Reaktionsmedium bevorzugt inerte Lösungsmittel verwendet, wie z.B. aliphatische und cycloaliphatische Kohlenwasserstoffe, oder auch aromatische Kohlenwasserstoffe.

5

Das lebende Polymer wird in diesem Fall im allgemeinen durch die Struktur $P_L(A)\text{-Me}$ repräsentiert, wobei Me ein Metall der Gruppe I, wie z.B. Lithium, Natrium oder Kalium, und $P_L(A)$ ein wachsendes Polymer aus den Acrylatmonomeren ist. Die Molmasse des herzustellenden Polymers wird durch das Verhältnis von Initiatorkonzentration zu Monomerkonzentration kontrolliert. Als geeignete Polymerisationsinitiatoren eignen sich z. B. n-Propyllithium, n-Butyllithium, sec-Butyllithium, 2-Naphthyllithium, Cyclohexyllithium oder Octyllithium, wobei diese Aufzählung nicht den Anspruch auf Vollständigkeit besitzt. Ferner sind Initiatoren auf Basis von Samarium-Komplexen zur Polymerisation von Acrylaten bekannt (Macromolecules, 1995, 28, 7886) und hier einsetzbar.

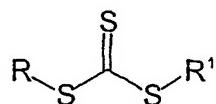
15

Weiterhin lassen sich auch difunktionelle Initiatoren einsetzen, wie beispielsweise 1,1,4,4-Tetraphenyl-1,4-dilithiobutan oder 1,1,4,4-Tetraphenyl-1,4-dilithioisobutan. Coinitiatoren lassen sich ebenfalls einsetzen. Geeignete Coinitiatoren sind unter anderem Lithiumhalogenide, Alkalimetallalkoxide oder Alkylaluminium-Verbindungen. In einer sehr bevorzugten Version sind die Liganden und Coinitiatoren so gewählt, dass Acrylatmonomere, wie z.B. n-Butylacrylat und 2-Ethylhexylacrylat, direkt polymerisiert werden können und nicht im Polymer durch eine Umesterung mit dem entsprechenden Alkohol generiert werden müssen.

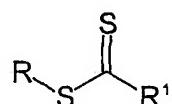
25

Zur Herstellung von Poly(meth)acrylathaftklebemassen mit einer engen Molekulargewichtsverteilung eignen sich auch kontrollierte radikalische Polymerisationsmethoden. Zur Polymerisation wird dann bevorzugt ein Kontrollreagenz der allgemeinen Formel eingesetzt:

30



(I)



(II)

35

worin R und R¹ unabhängig voneinander gewählt oder gleich sind

- verzweigte und unverzweigte C₁- bis C₁₈-Alkylreste; C₃- bis C₁₈-Alkenylreste; C₃- bis C₁₈-Alkinylreste;
- C₁- bis C₁₈-Alkoxoyreste
- 5 - durch zumindest eine OH-Gruppe oder ein Halogenatom oder einen Silylether substituierte C₁- bis C₁₈-Alkylreste; C₃- bis C₁₈-Alkenylreste; C₃- bis C₁₈-Alkinylreste;
- C₂-C₁₈-Hetero-Alkylreste mit mindestens einem O-Atom und/oder einer NR*-Gruppe in der Kohlenstoffkette, wobei R* ein beliebiger (insbesondere 10 organischer) Rest sein kann,
- mit zumindest einer Estergruppe, Aminogruppe, Carbonatgruppe, Cyanogruppe, Isocyanogruppe und/oder Epoxidgruppe und/oder mit Schwefel substituierte C₁-C₁₈-Alkylreste, C₃-C₁₈-Alkenylreste, C₃-C₁₈-Alkinylreste;
- C₃-C₁₂-Cycloalkylreste
- 15 - C₆-C₁₈-Aryl- oder Benzylreste
- Wasserstoff

darstellen.

Kontrollreagenzien des Typs (I) bestehen bevorzugt aus folgenden weiter eingeschränkten Verbindungen:

- 20 Halogenatome sind hierbei bevorzugt F, Cl, Br oder I, mehr bevorzugt Cl und Br. Als Alkyl-, Alkenyl- und Alkinylreste in den verschiedenen Substituenten eignen sich hervorragend sowohl lineare als auch verzweigte Ketten.
Beispiele für Alkylreste, welche 1 bis 18 Kohlenstoffatome enthalten, sind Methyl, Ethyl, Propyl, Isopropyl, Butyl, Isobutyl, t-Butyl, Pentyl, 2-Pentyl, Hexyl, Heptyl, Octyl, 2-Ethylhexyl, t-Octyl, Nonyl, Decyl, Undecyl, Tridecyl, Tetradecyl, Hexadecyl und Octadecyl.
Beispiele für Alkenylreste mit 3 bis 18 Kohlenstoffatomen sind Propenyl, 2-Butenyl, 3-Butenyl, Isobutenyl, n-2,4-Pentadienyl, 3-Methyl-2-butenyl, n-2-Octenyl, n-2-Dodecenyl, Isododecenyl und Oleyl.
- 25 Beispiele für Alkinyl mit 3 bis 18 Kohlenstoffatomen sind Propinyl, 2-Butinyl, 3-Butinyl, n-2-Octinyl und n-2-Octadecinyl.
Beispiele für Hydroxy-substituierte Alkylreste sind Hydroxypropyl, Hydroxybutyl oder Hydroxyhexyl.
Beispiele für Halogen-substituierte Alkylreste sind Dichlorobutyl, Monobromobutyl oder
- 30 Trichlorohexyl.
- 35

Ein geeigneter C₂-C₁₈-Hetero-Alkylrest mit mindestens einem O-Atom in der Kohlenstoffkette ist beispielsweise –CH₂–CH₂–O–CH₂–CH₃.

Als C₃-C₁₂-Cycloalkylreste dienen beispielsweise Cyclopropyl, Cyclopentyl, Cyclohexyl oder Trimethylcyclohexyl.

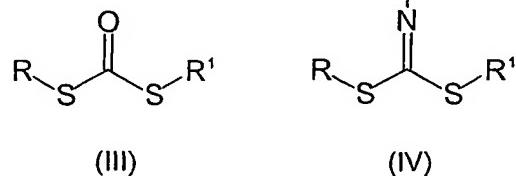
- 5 Als C₆-C₁₈-Arylreste dienen beispielsweise Phenyl, Naphthyl, Benzyl, 4-tert.-Butylbenzyl- oder weitere substituierte Phenyl, wie z.B. Ethyl, Toluol, Xylol, Mesitylen, Isopropylbenzol, Dichlorobenzol oder Bromtoluol.

Die vorstehenden Auflistungen dienen nur als Beispiele für die jeweiligen Verbindungsgruppen und besitzen keinen Anspruch auf Vollständigkeit.

10

Weiterhin sind auch Verbindungen der folgenden Typen als Kontrollreagenzien einsetzbar

15



20

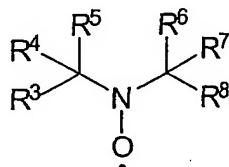
wobei R^2 ebenfalls unabhängig von R und R^1 aus der oben aufgeführten Gruppe für diese Reste gewählt werden kann.

25 Beim konventionellen „RAFT-Prozeß“ wird zumeist nur bis zu geringen Umsätzen polymerisiert (WO 98/01478 A1), um möglichst enge Molekulargewichtsverteilungen zu realisieren. Durch die geringen Umsätze lassen sich diese Polymere aber nicht als Haftklebmassen und insbesondere nicht als Schmelzhaftkleber einsetzen, da der hohe Anteil an Restmonomeren die kleintechnischen Eigenschaften negativ beeinflußt, die Restmonomere im Aufkonzentrationsprozeß das Lösemittelrecyclat verunreinigen und die entsprechenden Selbstklebebänder ein sehr hohes Ausgasungsverhalten zeigen würden.
30 Um diesen Nachteil niedriger Umsätze zu umgehen, wird in einer besonders bevorzugten Vorgehensweise die Polymerisation mehrfach initiiert.

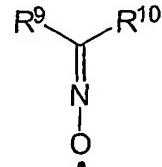
Als weitere kontrollierte radikalische Polymerisationsmethode können Nitroxid-gesteuerte Polymerisationen durchgeführt werden. Zur Radikalstabilisierung werden in günstiger Vorgehensweise Nitroxide des Typs (Va) oder (Vb) eingesetzt:

5

10



(Va)



(Vb)

- 15 wobei R^3 , R^4 , R^5 , R^6 , R^7 , R^8 , R^9 , R^{10} unabhängig voneinander folgende Verbindungen oder Atome bedeuten:
- Halogenide, wie z.B. Chlor, Brom oder Iod
 - lineare, verzweigte, cyclische und heterocyclische Kohlenwasserstoffe mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen, die gesättigt, ungesättigt oder aromatisch sein können,
- 20 iii) Ester $-COOR^{11}$, Alkoxide $-OR^{12}$ und/oder Phosphonate $-PO(OR^{13})_2$, wobei R^{11} , R^{12} oder R^{13} für Reste aus der Gruppe ii) stehen.

Verbindungen der (Va) oder (Vb) können auch an Polymerketten jeglicher Art gebunden sein (vorrangig in dem Sinne, dass zumindest einer der oben genannten Reste eine 25 derartige Polymerkette darstellt) und somit zum Aufbau von Polyacrylathaftklebstoffen genutzt werden.

- Mehr bevorzugt werden kontrollierte Regler für die Polymerisation von Verbindungen des Typs:
- 2,2,5,5-Tetramethyl-1-pyrrolidinyloxy (PROXYL), 3-Carbamoyl-PROXYL,

30 2,2-dimethyl-4,5-cyclohexyl-PROXYL, 3-oxo-PROXYL, 3-Hydroxylimine-PROXYL, 3-Aminomethyl-PROXYL, 3-Methoxy-PROXYL, 3-t-Butyl-PROXYL, 3,4-Di-t-butyl-PROXYL
 - 2,2,6,6-Tetramethyl-1-piperidinyloxy pyrrolidinyloxy (TEMPO), 4-Benzoyloxy-TEMPO, 4-Methoxy-TEMPO, 4-Chloro-TEMPO, 4-Hydroxy-TEMPO, 4-Oxo-TEMPO,

- 4-Amino-TEMPO, 2,2,6,6,-Tetraethyl-1-piperidinyloxyl, 2,2,6-Trimethyl-6-ethyl-1-piperidinyloxyl
- N-tert.-Butyl-1-phenyl-2-methyl propyl Nitroxid
 - N-tert.-Butyl-1-(2-naphtyl)-2-methyl propyl Nitroxid
- 5 • N-tert.-Butyl-1-diethylphosphono-2,2-dimethyl propyl Nitroxid
- N-tert.-Butyl-1-dibenzylphosphono-2,2-dimethyl propyl Nitroxid
 - N-(1-Phenyl-2-methyl propyl)-1-diethylphosphono-1-methyl ethyl Nitroxid
 - Di-t-Butylnitroxid
 - Diphenylnitroxid
- 10 • t-Butyl-t-amyl Nitroxid

Eine Reihe weiterer Polymerisationsmethoden, nach denen die Haftklebemassen in alternativer Vorgehensweise hergestellt werden können, lassen sich aus dem Stand der Technik wählen:

- 15 US 4,581,429 A offenbart ein kontrolliert radikalisches Polymerisationsverfahren, das als Initiator eine Verbindung der Formel R'R"N-O-Y anwendet, worin Y eine freie radikalische Spezies ist, die ungesättigte Monomere polymerisieren kann. Die Reaktionen weisen aber im allgemeinen geringe Umsätze auf. Besonders problematisch ist die Polymerisation von Acrylaten, die nur zu sehr geringen Ausbeuten und Molmassen 20 abläuft. WO 98/13392 A1 beschreibt offenkettige Alkoxyaminverbindungen, die ein symmetrisches Substitutionsmuster aufweisen. EP 735 052 A1 offenbart ein Verfahren zur Herstellung thermoplastischer Elastomere mit engen Molmassenverteilungen. WO 96/24620 A1 beschreibt ein Polymerisationsverfahren, bei dem sehr spezielle Radikalverbindungen wie z. B. phosphorhaltige Nitroxide, die auf Imidazolidin basieren, eingesetzt werden. WO 98/44008 A1 offenbart spezielle Nitroxyle, die auf Morpholinen, Piperazinonen und Piperazindionen basieren. DE 199 49 352 A1 beschreibt heterozyklische Alkoxyamine als Regulatoren in kontrolliert radikalischen Polymerisationen. Entsprechende Weiterentwicklungen der Alkoxyamine bzw. der korrespondierenden freien Nitroxide verbessern die Effizienz zur Herstellung von 25 Polyacrylaten (Hawker, Beitrag zur Hauptversammlung der American Chemical Society, Frühjahr 1997; Husemann, Beitrag zum IUPAC World-Polymer Meeting 1998, Gold Coast).
- 30

Als weitere kontrollierte Polymerisationsmethode lässt sich in vorteilhafter Weise zur Synthese der Polyacrylathaftklebemassen die Atom Transfer Radical Polymerization (ATRP) einsetzen, wobei als Initiator bevorzugt monofunktionelle oder difunktionelle sekundäre oder tertiäre Halogenide und zur Abstraktion des(r) Halogenids(e) Cu-, Ni-, Fe-, Pd-, Pt-, Ru-, Os-, Rh-, Co-, Ir-, Ag- oder Au-Komplexe (EP 0 824 111 A1; EP 826 698 A1; EP 824 110 A1; EP 841 346 A1; EP 850 957 A1) eingesetzt werden. Die unterschiedlichen Möglichkeiten der ATRP sind ferner in den Schriften US 5,945,491 A, US 5,854,364 A und US 5,789,487 A beschrieben.

10 Beschichtungsverfahren, Ausrüstung des Trägermaterials

Zur Herstellung wird in einer bevorzugten Ausführungsform die Haftklebemasse aus Lösung beschichtet. Für thermisch vernetzende Haftklebemassen wird über Wärmezufuhr z.B. in einem Trockenkanal das Lösemittel entfernt und die 15 Vernetzungsreaktion initiiert.

Die oben beschriebenen Polymere können weiterhin auch als Hotmelt-Systeme (also aus der Schmelze) beschichtet werden. Für das Herstellungsverfahren kann es daher erforderlich sein, das Lösemittel von der Haftklebemasse zu entfernen. Hier können im 20 Prinzip alle dem Fachmann bekannten Verfahren eingesetzt werden. Ein sehr bevorzugtes Verfahren ist die Aufkonzentration über einen Ein- oder Doppelschneckenextruder. Der Doppelschneckenextruder kann gleich- oder gegenläufig betrieben werden. Das Lösemittel oder Wasser wird bevorzugt über mehrere Vakuumstufen abdestilliert. Zudem wird je nach Destillationstemperatur des Lösemittels 25 gegengeheizt. Die Restlösemittelanteile betragen bevorzugt < 1 %, mehr bevorzugt < 0,5 % und sehr bevorzugt < 0,2 %. Der Hotmelt wird aus der Schmelze weiterverarbeitet.

Zur Beschichtung als Hotmelt können unterschiedliche Beschichtungsverfahren herangezogen werden. In einer Ausführung werden die Haftklebemassen über ein 30 Walzenbeschichtungsverfahren beschichtet. Unterschiedliche Walzenbeschichtungsverfahren sind im „Handbook of Pressure Sensitive Adhesive Technology“ von Donatas Satas (van Nostrand, New York 1989) beschrieben. In einer weiteren Ausführung wird über eine Schmelzdüse beschichtet. In einem weiteren bevorzugten Verfahren wird durch Extrusion beschichtet. Die Extrusionsbeschichtung wird bevorzugt mit einer 35 Extrusionsdüse vorgenommen. Die verwendeten Extrusionsdüsen können vorteilhaft aus

einer der drei folgenden Kategorien stammen: T-Düse, Fischschwanz-Düse und Bügel-Düse. Die einzelnen Typen unterscheiden sich durch die Gestalt ihres Fließkanals. Durch die Beschichtung können die Haftklebemassen auch eine Orientierung erfahren.

- 5 Weiterhin kann es erforderlich sein, dass die Haftklebemasse vernetzt wird. In einer bevorzugten Ausführung wird mit actinischer Strahlung vernetzt.

- Zur UV-Vernetzung wird mittels kurzwelliger ultravioletter Bestrahlung in einem Wellenlängenbereich von 200 bis 400 nm, je nach verwendetem UV-Photoinitiator, 10 bestrahlt, insbesondere unter Verwendung von Quecksilber-Hochdruck- oder - Mitteldruck-Lampen bei einer Leistung von 80 bis 240 W/cm. Die Bestrahlungsintensität wird der jeweiligen Quantenausbeute des UV-Photoinitiators und dem einzustellenden Vernetzungsgrad angepasst.
- 15 Weiterhin ist es in einer bevorzugten Ausführungsform möglich, die Haftklebemassen mit Elektronenstrahlen zu vernetzen. Typische Bestrahlungsvorrichtungen, die zum Einsatz kommen können, sind Linearkathodensysteme, Scannersysteme bzw. Segmentkathodensysteme, sofern es sich um Elektronenstrahlbeschleuniger handelt. Eine ausführliche Beschreibung des Stands der Technik und die wichtigsten 20 Verfahrensparameter findet man bei Skelhorne, Electron Beam Processing, in Chemistry and Technology of UV and EB formulation for Coatings, Inks and Paints, Vol. 1, 1991, SITA, London. Die typischen Beschleunigungsspannungen liegen im Bereich zwischen 50 kV und 500 kV, vorzugsweise 80 kV und 300 kV. Die angewandten Streudosen bewegen sich zwischen 5 bis 150 kGy, insbesondere zwischen 20 und 100 kGy.
- 25 Es können auch beide Vernetzungsverfahren angewendet werden oder andere Verfahren, die hochenergetische Bestrahlung ermöglichen.

Weiterhin ist Gegenstand der Erfindung die Verwendung der erfinderischen doppelseitigen Haftklebebänder zur Verklebung in LCD-Displays, beispielsweise 30 entsprechend Figur 3.

In Figur 3 bedeuten:

- 1 LCD-Glas
- 2 reflektierende Schicht
- 3 Klebeschicht
- 35 4 LED

- 5 Lichtstrahlen
 - 6 Doppelseitiges Klebeband
 - 7 Lichtleiter
 - 8 Reflektionsfolie
 - 5 9 LCD-Metallrahmen
 - 10 schwarze absorbierende Schicht
 - 11 sichtbarer Bereich
 - 12 „blinder“ Bereich
- 10 Für die Verwendung als Haftklebeband können die doppelseitigen Haftklebebander mit einem oder zwei Trennfolien oder Trennpapieren abgedeckt sein. In einer bevorzugten Ausführungsform werden silikonisierte Folien oder Papiere, wie z.B. Glassine, HPDE oder LDPE gecoatete Papiere eingesetzt.

15 Beispiele

Die Erfindung wird im folgenden beschrieben, ohne sich durch die Wahl der Beispiele unnötig beschränken zu wollen.

- 20 Folgende Testmethoden wurden angewendet.

Prüfmethoden

A. Brechungsindex

- 25 Der Brechungsindex der Haftklebemasse wurde in einem 25 µm dicken Film mit dem Optronic Meßgerät der Fa. Krüss bei 25 °C und weißem Licht ($\lambda = 550 \text{ nm} \pm 150 \text{ nm}$) nach dem Abbeschen Prinzip gemessen. Zur Temperaturstabilisierung wurde das Gerät in Verbindung mit einem Thermostaten der Fa. Lauda betrieben.

30 B. Transmission

Die Transmission wurde im Wellenlängenbereich von 190 bis 900 nm mit einem Uvikon 923 der Fa. Biotek Kontron an einem auf 50 µm Polyolefinfolie aufgetragenen 100 µm dicken Probenfilm und gegen eine unbeschichtete Polyolefinfolienreferenz gemessen.

Polymer 1

- Ein für radikalische Polymerisationen konventioneller 200 L-Reaktor wurde mit 2400 g Acrylamid, 64 kg 2-Ethylhexylacrylat, 6,4 kg N-Isopropylacrylamid und 53,3 kg Aceton/Isopropanol (95:5) befüllt. Nach 45 Minuten Durchleiten mit Stickstoffgas unter Röhren wurde der Reaktor auf 58 °C hochgeheizt und 40 g 2,2'-Azoisobuttersäurenitril (AIBN) hinzugegeben. Anschließend wurde das äußere Heizbad auf 75 °C erwärmt und die Reaktion konstant bei dieser Außentemperatur durchgeführt. Nach 1 h Reaktionszeit wurde wiederum 40 g AIBN hinzugegeben. Nach 5 h und 10 h wurde mit jeweils 15 kg Aceton/Isopropanol (95:5) verdünnt. Nach 6 und 8 h wurden jeweils 100 g Dicyclohexylperoxydicarbonat (Perkadox 16®, Fa. Akzo Nobel) gelöst in jeweils 800 g Aceton hinzugegeben. Die Reaktion wurde nach 24 h Reaktionszeit abgebrochen und auf Raumtemperatur abgekühlt.

Polymer 2

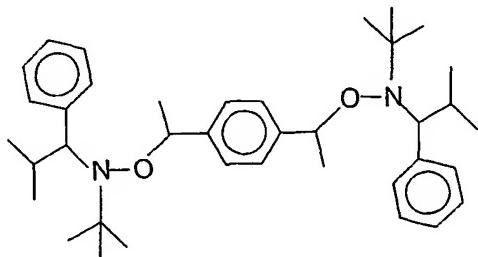
- Ein für radikalische Polymerisationen konventioneller 200 L-Reaktor wurde mit 1200 g Acrylamid, 74 kg 2-Ethylhexylacrylat, 4,8 kg N-Isopropylacrylamid und 53,3 kg Aceton/Isopropanol (95:5) befüllt. Nach 45 Minuten Durchleiten mit Stickstoffgas unter Röhren wurde der Reaktor auf 58 °C hochgeheizt und 40 g 2,2'-Azoisobuttersäurenitril (AIBN) hinzugegeben. Anschließend wurde das äußere Heizbad auf 75 °C erwärmt und die Reaktion konstant bei dieser Außentemperatur durchgeführt. Nach 1 h Reaktionszeit wurde wiederum 40 g AIBN hinzugegeben. Nach 5 h und 10 h wurde mit jeweils 15 kg Aceton/Isopropanol (95:5) verdünnt. Nach 6 und 8 h wurden jeweils 100 g Dicyclohexylperoxydicarbonat (Perkadox 16®, Fa. Akzo Nobel) gelöst in jeweils 800 g Aceton hinzugegeben. Die Reaktion wurde nach 24 h Reaktionszeit abgebrochen und auf Raumtemperatur abgekühlt.

Vernetzung der Haftklebemassen im Herstellprozess mit 25 kGy Dosis bei einer Beschleunigungsspannung von 200 kV.

- 30 Herstellung Polymer 3:

Herstellung von Nitroxiden:(a) Herstellung des difunktionellen Alkoxyamins (NIT 1):

Es wurde analog der Versuchsvorschrift aus Journal of American Chemical Society, 1999, 121(16), 3904 vorgegangen. Als Ausgangsstoffe wurden 1,4-Divinylbenzol und Nitroxid (NIT 4) eingesetzt.

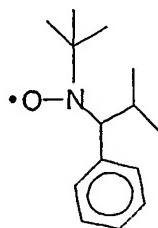


5 (NIT 1)

(b) Herstellung des Nitroxids (NIT 2) (2,2,5-Trimethyl-4-phenyl-3-azahexan-3-nitroxid):

Es wurde analog der Versuchsvorschrift aus Journal of American Chemical Society, 10 1999, 121(16), 3904 vorgegangen.

15



20

(NIT 2)

25 **Allgemeine Durchführung:** Eine Mischung aus dem Alkoxyamin (NIT 1) und dem Nitroxid (NIT 2) (10 Mol-% zu Alkoxyamin (NIT 1)) wird mit dem Monomeren B (für den späteren Polymerblock P(B)) gemischt, mehrmals unter Herabkühlen auf - 78 °C entgast

und anschließend in einem geschlossenen Behälter unter Druck auf 110 °C erhitzt. Nach 36 h Reaktionszeit wird das Monomer A (für den späteren Polymerblock P(A)) hinzugegeben und weitere 24 Stunden bei dieser Temperatur polymerisiert.

- 5 In Analogie zur allgemeinen Durchführung der Polymerisation wurden 0,739 g des difunktionellen Initiators (NIT 1), 0,0287 g des freien Nitroxids (NIT 2), 128 g Isobornylacrylat und 192 g 2-Ethylhexylacrylat als Monomere (B) und 180 g o-Methoxystyrol als Monomer (A) eingesetzt. Zur Isolierung des Polymers wurde auf Raumtemperatur abgekühlt, das Blockcopolymer in 750 ml Dichlormethan gelöst und
 10 dann in 6,0 l Methanol (auf -78 °C gekühlt) unter starkem Rühren gefällt. Der Niederschlag wurde über eine gekühlte Fritte abfiltriert.
 Das erhaltene Produkt wurde im Vakuumtrockenschrank bei 10 Torr und 45 °C 12 Stunden lang aufkonzentriert.
 Das Blockcopolymer wurde aus der Schmelze auf eine mit Saran geprägte 23 µm dicke
 15 PET-Trägerfolie oder auf ein mit 1,5 g/m² Silikonauftrag versehendes Trennpapier beschichtet. In einer IR-Zone wurde für 80 Sekunden mit 120 °C nachgeheizt. Der Masseauftrag betrug 50 g/m².

Ergebnisse

20

Nach der Prüfmusterherstellung wurden zunächst von allen Polymeren 1 bis 3 der Brechungsindex gemessen. Hierfür wurden die Polymere aus Lösung auf Trennpapier beschichtet (50 g/m² Masseauftrag nach Trocknung). In der Tabelle 1 sind die gemessenen Brechungsindizes zusammengefasst. Alle Werte wurden bei
 25 Raumtemperatur bestimmt.

Tabelle 1

Beispiel	Brechungsindex n _d (Test A)
1	1,45
2	1,45
3	1,52

Patentansprüche

1. Haftklebeband, insbesondere zur Herstellung von LCD-Displays, mit zwei Oberflächen, weiterhin ausgerüstet mit mindestens einem Träger mit zwei Trägeroberflächen und jeweils einer Haftklebeschicht auf den beiden Trägeroberflächen, dadurch gekennzeichnet, dass
zumindest eine der beiden Oberflächen des Haftklebebandes silbrig-reflektierende Eigenschaften aufweist.
- 10 2. Haftklebeband nach zumindest einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass
die silbrig-reflektierende Eigenschaft der zumindest einen Oberfläche des Klebebandes durch Metallisierung der entsprechenden Trägeroberfläche erzielt wird.
- 15 3. Haftklebeband nach zumindest einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass
die silbrig-reflektierende Eigenschaft der zumindest einen Oberfläche des Klebebandes durch Lackierung der entsprechenden Trägeroberflächen erzielt wird.
- 20 4. Haftklebeband nach zumindest einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass
die silbrig-reflektierende Eigenschaft der zumindest einen Oberfläche des Klebebandes durch Zusatz silberfarbiger Additive zu der auf der entsprechenden Trägeroberfläche befindlichen Haftklebeschicht erzielt wird.
- 25 5. Haftklebeband nach zumindest einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass
als Basis für zumindest eine der Haftklebeschichten hitze-aktivierbare Haftklebemassen eingesetzt werden.

24

6. Haftklebeband nach zumindest einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass als Basis für zumindest eine der Haftklebeschichten transparente Haftklebemassen eingesetzt werden.
- 5
7. Verwendung der erfinderischen doppelseitigen Haftklebebänder zur Verklebung in LCD-Displays.

10

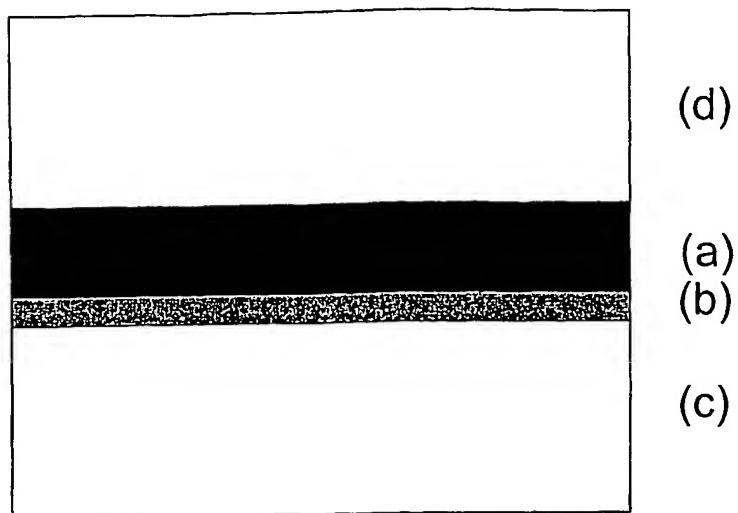
15

20

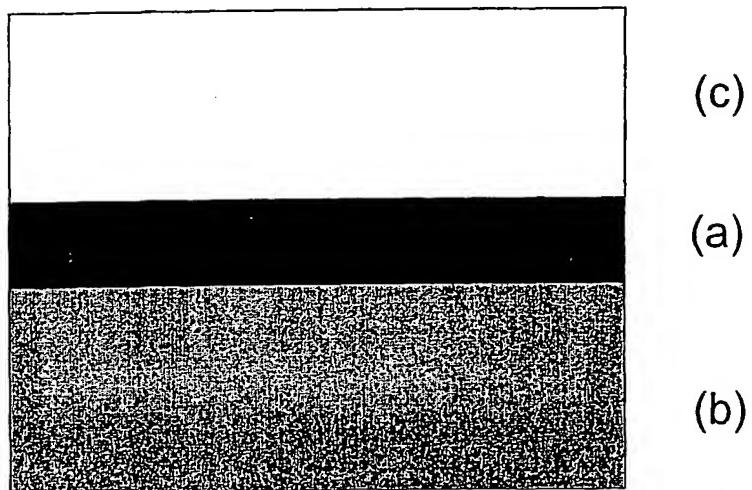
25

30

35

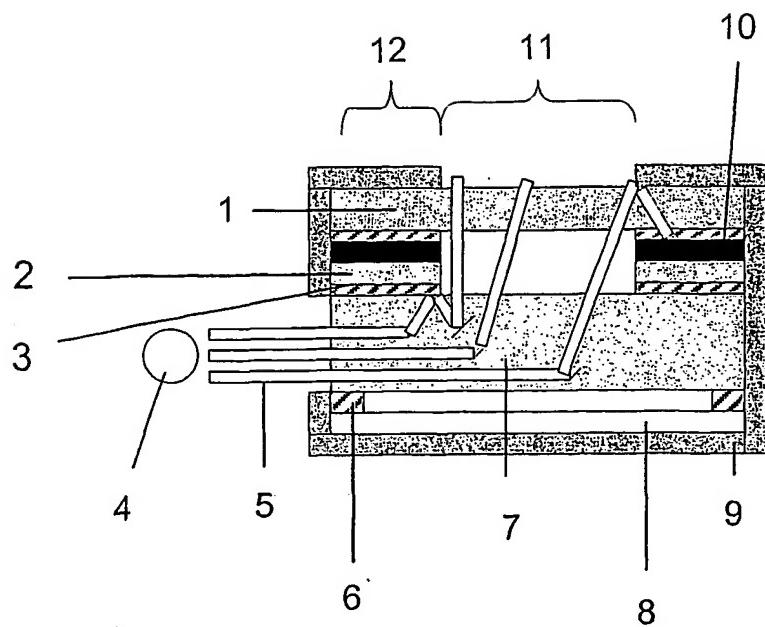


Figur 1



Figur 2

BEST AVAILABLE COPY



Figur 3

BEST AVAILABLE COPY

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Internal Application No
PCT/ 03/09195

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 B32B15/08 G02F1/1335 C09J7/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 B32B G02F C09J

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 02 066570 A (SONY CHEMICALS CORP ;KAMIYA KENJI (JP)) 29-August 2002 (2002-08-29) figures	1,3,6,7
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 199833 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A14, AN 1998-381388 XPO02264213 & JP 10 152658 A (PORA TECHNO KK), 9 June 1998 (1998-06-09) abstract	1,7
A	EP 1 211 298 A (NITTO DENKO CORP) 5 June 2002 (2002-06-05) claims	1,7



Further documents are listed in the continuation of box C.



Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

T later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

X document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

Y document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

& document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

8 December 2003

Date of mailing of the international search report

22/12/2003

Name and mailing address of the ISA
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Engel, S

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Internal Application No

PCT/... 03/09195

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)		Publication date
WO 02066570	A 29-08-2002	JP 2002249741 A WO 02066570 A1		06-09-2002 29-08-2002
JP 10152658	A 09-06-1998	NONE		
EP 1211298	A 05-06-2002	JP 2002173656 A EP 1211298 A2 US 2002098352 A1		21-06-2002 05-06-2002 25-07-2002

Form PCT/ISA/210 (patent family annex) (July 1992)

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EU 03/09195

A. KLASIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
 IPK 7 B32B15/08 G02F1/1335 C09J7/02

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchiert Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
 IPK 7 B32B G02F C09J

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Bel. Anspruch Nr.
X	WO 02 066570 A (SONY CHEMICALS CORP ;KAMIYA KENJI (JP)) 29. August 2002 (2002-08-29) Abbildungen ----	1,3,6,7
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 199833 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A14, AN 1998-381388 XP002264213 & JP 10 152658 A (PORA TECHNO KK), 9. Juni 1998 (1998-06-09) Zusammenfassung ----	1,7
A	EP 1 211 298 A (NITTO DENKO CORP) 5. Juni 2002 (2002-06-05) Ansprüche -----	1,7

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

Siehe Anhang Patentfamilie

- * Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :
- * Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
- * älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
- * Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
- * Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
- * Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist
- * T* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist
- *X* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden
- *Y* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung, die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist
- *&* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

8. Dezember 2003

22/12/2003

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde
 Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl
 Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Engel, S

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internat... Aldenzeichen

PCT/... 03/09195

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
WO 02066570	A 29-08-2002	JP 2002249741 A		06-09-2002
		WO 02066570 A1		29-08-2002
JP 10152658	A 09-06-1998	KEINE		
EP 1211298	A 05-06-2002	JP 2002173656 A		21-06-2002
		EP 1211298 A2		05-06-2002
		US 2002098352 A1		25-07-2002